

# VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

Absender: INTERNATIONALE RECHERCHENBEHÖRDE

## PCT

MITTEILUNG ÜBER DIE ÜBERMITTLUNG DES  
INTERNATIONALEN RECHERCHENBERICHTS  
ODER DER ERKLÄRUNG

(Regel 44.1 PCT)

An

DaimlerChrysler AG  
-Patente FTP/M-  
Postfach 80 04 65  
D-81663 München  
GERMANY

Eing.:

05. Nov. 1999  
MUE

z. Eriedigung

Frist

FTP/M 2A

5.1.2000

Absendedatum  
(Tag/Monat/Jahr)

05/11/1999

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts

1628 PCT

WEITERES VORGEHEN

siehe Punkte 1 und 4 unten

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 99/01598

Internationales Anmeldedatum

(Tag/Monat/Jahr)

31/05/1999

Anmelder

MTU MOTOREN- UND TURBINEN-UNION MÜNCHEN GMBH

1. ☒ Dem Anmelder wird mitgeteilt, daß der internationale Recherchenbericht erstellt wurde und ihm hiermit übermittelt wird.  
**Einreichung von Änderungen und einer Erklärung nach Artikel 19:**  
Der Anmelder kann auf eigenen Wunsch die Ansprüche der internationalen Anmeldung ändern (siehe Regel 46):  
  
**Bis wann sind Änderungen einzureichen?**  
Die Frist zur Einreichung solcher Änderungen beträgt üblicherweise zwei Monate ab der Übermittlung des internationalen Recherchenberichts; weitere Einzelheiten sind den Anmerkungen auf dem Beiblatt zu entnehmen.  
  
**Wo sind Änderungen einzureichen?**  
Unmittelbar beim Internationalen Büro der WIPO, 34, CHEMIN des Colombettes, CH-1211 Genf 20.  
Telefaxnr.: (41-22) 740.14.35  
**Nähere Hinweise** sind den Anmerkungen auf dem Beiblatt zu entnehmen.
2. ☐ Dem Anmelder wird mitgeteilt, daß kein internationaler Recherchenbericht erstellt wird und daß ihm hiermit die Erklärung nach Artikel 17(2)a) übermittelt wird.
3. ☐ **Hinsichtlich des Widerspruchs** gegen die Entrichtung einer zusätzlichen Gebühr (zusätzlicher Gebühren) nach Regel 40.2 wird dem Anmelder mitgeteilt, daß  
☐ der Widerspruch und die Entscheidung hierüber zusammen mit seinem Antrag auf Übermittlung des Wortlauts sowohl des Widerspruchs als auch der Entscheidung hierüber an die Bestimmungsämter dem Internationalen Büro übermittelt worden sind.  
☐ noch keine Entscheidung über den Widerspruch vorliegt; der Anmelder wird benachrichtigt, sobald eine Entscheidung getroffen wurde.
4. **Weiteres Vorgehen:** Der Anmelder wird auf folgendes aufmerksam gemacht:  
Kurz nach Ablauf von **18 Monaten** seit dem Prioritätsdatum wird die internationale Anmeldung vom Internationalen Büro veröffentlicht. Will der Anmelder die Veröffentlichung verhindern oder auf einen späteren Zeitpunkt verschieben, so muß gemäß Regel 90 bis bzw. 90 bis 3 vor Abschluß der technischen Vorbereitungen für die internationale Veröffentlichung eine Erklärung über die Zurücknahme der internationalen Anmeldung oder des Prioritätsanspruchs beim Internationalen Büro eingehen.  
Innerhalb von **19 Monaten** seit dem Prioritätsdatum ist ein Antrag auf internationale vorläufige Prüfung einzureichen, wenn der Anmelder den Eintritt in die nationale Phase bis zu 30 Monaten seit dem Prioritätsdatum (in manchen Ämtern sogar noch länger) verschieben möchte.  
Innerhalb von **20 Monaten** seit dem Prioritätsdatum muß der Anmelder die für den Eintritt in die nationale Phase vorgeschriebenen Handlungen vor allen Bestimmungsämtern vornehmen, die nicht innerhalb von 19 Monaten seit dem Prioritätsdatum in der Anmeldung oder einer nachträglichen Auswahlerklärung ausgewählt wurden oder nicht ausgewählt werden konnten, da für sie Kapitel II des Vertrages nicht verbindlich ist.

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde



Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL-2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Maria Van der Hoeven

## ANMERKUNGEN ZU FORMBLATT PCT/ISA/220

Diese Anmerkungen sollen grundlegende Hinweise zur Einreichung von Änderungen gemäß Artikel 19 geben. Diesen Anmerkungen liegen die Erfordernisse des Vertrags über die internationale Zusammenarbeit auf dem Gebiet des Patentwesens (PCT), der Ausführungsordnung und der Verwaltungsrichtlinien zu diesem Vertrag zugrunde. Bei Abweichungen zwischen diesen Anmerkungen und obengenannten Texten sind letztere maßgebend. Nähere Einzelheiten sind dem PCT-Leitfaden für Anmelder, einer Veröffentlichung der WIPO, zu entnehmen. Die in diesen Anmerkungen verwendeten Begriffe "Artikel", "Regel" und "Abschnitt" beziehen sich jeweils auf die Bestimmungen des PCT-Vertrags, der PCT-Ausführungsordnung bzw. der PCT-Verwaltungsrichtlinien.

### HINWEISE ZU ÄNDERUNGEN GEMÄSS ARTIKEL 19

Nach Erhalt des internationalen Recherchenberichts hat der Anmelder die Möglichkeit, einmal die Ansprüche der internationalen Anmeldung zu ändern. Es ist jedoch zu betonen, daß, da alle Teile der internationalen Anmeldung (Ansprüche, Beschreibung und Zeichnungen) während des internationalen vorläufigen Prüfungsverfahrens geändert werden können, normalerweise keine Notwendigkeit besteht, Änderungen der Ansprüche nach Artikel 19 einzureichen, außer wenn der Anmelder z.B. zum Zwecke eines vorläufigen Schutzes die Veröffentlichung dieser Ansprüche wünscht oder ein anderer Grund für eine Änderung der Ansprüche vor ihrer internationalen Veröffentlichung vorliegt. Weiterhin ist zu beachten, daß ein vorläufiger Schutz nur in einigen Staaten erhältlich ist.

#### Welche Teile der internationalen Anmeldung können geändert werden?

Im Rahmen von Artikel 19 können nur die Ansprüche geändert werden.

In der internationalen Phase können die Ansprüche auch nach Artikel 34 vor der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde geändert (oder nochmals geändert) werden. Die Beschreibung und die Zeichnungen können nur nach Artikel 34 vor der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde geändert werden.

Beim Eintritt in die nationale Phase können alle Teile der internationalen Anmeldung nach Artikel 28 oder gegebenenfalls Artikel 41 geändert werden.

#### Bis wann sind Änderungen einzureichen?

Innerhalb von zwei Monaten ab der Übermittlung des internationalen Recherchenberichts oder innerhalb von sechzehn Monaten ab dem Prioritätsdatum, je nachdem, welche Frist später abläuft. Die Änderungen gelten jedoch als rechtzeitig eingereicht, wenn sie dem Internationalen Büro nach Ablauf der maßgebenden Frist, aber noch vor Abschluß der technischen Vorbereitungen für die internationale Veröffentlichung (Regel 46.1) zugehen.

#### Wo sind die Änderungen nicht einzureichen?

Die Änderungen können nur beim Internationalen Büro, nicht aber beim Anmeldeamt oder der Internationalen Recherchenbehörde eingereicht werden (Regel 46.2).

Falls ein Antrag auf internationale vorläufige Prüfung eingereicht wurde/wird, siehe unten.

#### In welcher Form können Änderungen erfolgen?

Eine Änderung kann erfolgen durch Streichung eines oder mehrerer ganzer Ansprüche, durch Hinzufügung eines oder mehrerer neuer Ansprüche oder durch Änderung des Wortlauts eines oder mehrerer Ansprüche in der eingereichten Fassung.

Für jedes Anspruchsblatt, das sich aufgrund einer oder mehrerer Änderungen von dem ursprünglich eingereichten Blatt unterscheidet, ist ein Ersatzblatt einzureichen.

Alle Ansprüche, die auf einem Ersatzblatt erscheinen, sind mit arabischen Ziffern zu numerieren. Wird ein Anspruch gestrichen, so brauchen, die anderen Ansprüche nicht neu numeriert zu werden. Im Fall einer Neunummerierung sind die Ansprüche fortlaufend zu numerieren (Verwaltungsrichtlinien, Abschnitt 205 b)).

Die Änderungen sind in der Sprache abzufassen, in der die internationale Anmeldung veröffentlicht wird.

#### Welche Unterlagen sind den Änderungen beizufügen?

##### Begleitschreiben (Abschnitt 205 b)):

Die Änderungen sind mit einem Begleitschreiben einzureichen.

Das Begleitschreiben wird nicht zusammen mit der internationalen Anmeldung und den geänderten Ansprüchen veröffentlicht. Es ist nicht zu verwechseln mit der "Erklärung nach Artikel 19(1)" (siehe unten, "Erklärung nach Artikel 19 (1)").

Das Begleitschreiben ist nach Wahl des Anmelders in englischer oder französischer Sprache abzufassen. Bei englischsprachigen internationalen Anmeldungen ist das Begleitschreiben aber ebenfalls in englischer, bei französischsprachigen internationalen Anmeldungen in französischer Sprache abzufassen.

## ANMERKUNGEN ZU FORMBLATT PCT/ISA/220 (Fortsetzung)

Im Begleitschreiben sind die Unterschiede zwischen den Ansprüchen in der eingereichten Fassung und den geänderten Ansprüchen anzugeben. So ist insbesondere zu jedem Anspruch in der internationalen Anmeldung anzugeben (gleichlautende Angaben zu verschiedenen Ansprüchen können zusammengefaßt werden), ob

- i) der Anspruch unverändert ist;
- ii) der Anspruch gestrichen worden ist;
- iii) der Anspruch neu ist;
- iv) der Anspruch einen oder mehrere Ansprüche in der eingereichten Fassung ersetzt;
- v) der Anspruch auf die Teilung eines Anspruchs in der eingereichten Fassung zurückzuführen ist.

Im folgenden sind Beispiele angegeben, wie Änderungen im Begleitschreiben zu erläutern sind:

1. [Wenn anstelle von ursprünglich 48 Ansprüchen nach der Änderung einiger Ansprüche 51 Ansprüche existieren]:  
"Die Ansprüche 1 bis 29, 31, 32, 34, 35, 37 bis 48 werden durch geänderte Ansprüche gleicher Numerierung ersetzt; Ansprüche 30, 33 und 36 unverändert; neue Ansprüche 49 bis 51 hinzugefügt."
2. [Wenn anstelle von ursprünglich 15 Ansprüchen nach der Änderung aller Ansprüche 11 Ansprüche existieren]:  
"Geänderte Ansprüche 1 bis 11 treten an die Stelle der Ansprüche 1 bis 15."
3. [Wenn ursprünglich 14 Ansprüche existierten und die Änderungen darin bestehen, daß einige Ansprüche gestrichen werden und neue Ansprüche hinzugefügt werden]:  
Ansprüche 1 bis 6 und 14 unverändert; Ansprüche 7 bis 13 gestrichen; neue Ansprüche 15, 16 und 17 hinzugefügt. "Oder" Ansprüche 7 bis 13 gestrichen; neue Ansprüche 15, 16 und 17 hinzugefügt; alle übrigen Ansprüche unverändert."
4. [Wenn verschiedene Arten von Änderungen durchgeführt werden]:  
"Ansprüche 1-10 unverändert; Ansprüche 11 bis 13, 18 und 19 gestrichen; Ansprüche 14, 15 und 16 durch geänderten Anspruch 14 ersetzt; Anspruch 17 in geänderte Ansprüche 15, 16 und 17 unterteilt; neue Ansprüche 20 und 21 hinzugefügt."

### "Erklärung nach Artikel 19(1)" (Regel 46.4)

Den Änderungen kann eine Erklärung beigelegt werden, mit der die Änderungen erläutert und ihre Auswirkungen auf die Beschreibung und die Zeichnungen dargelegt werden (die nicht nach Artikel 19 (1) geändert werden können).

Die Erklärung wird zusammen mit der internationalen Anmeldung und den geänderten Ansprüchen veröffentlicht.

Sie ist in der Sprache abzufassen, in der die internationale Anmeldung veröffentlicht wird.

Sie muß kurz gehalten sein und darf, wenn in englischer Sprache abgefaßt oder ins Englische übersetzt, nicht mehr als 500 Wörter umfassen.

Die Erklärung ist nicht zu verwechseln mit dem Begleitschreiben, das auf die Unterschiede zwischen den Ansprüchen in der eingereichten Fassung und den geänderten Ansprüchen hinweist, und ersetzt letzteres nicht. Sie ist auf einem gesonderten Blatt einzureichen und in der Überschrift als solche zu kennzeichnen, vorzugsweise mit den Worten "Erklärung nach Artikel 19 (1)".

Die Erklärung darf keine herabsetzenden Äußerungen über den internationalen Recherchenbericht oder die Bedeutung von in dem Bericht angeführten Veröffentlichungen enthalten. Sie darf auf im internationalen Recherchenbericht angeführte Veröffentlichungen, die sich auf einen bestimmten Anspruch beziehen, nur im Zusammenhang mit einer Änderung dieses Anspruchs Bezug nehmen.

### Auswirkungen eines bereits gestellten Antrags auf internationale vorläufige Prüfung

Ist zum Zeitpunkt der Einreichung von Änderungen nach Artikel 19 bereits ein Antrag auf internationale vorläufige Prüfung gestellt worden, so sollte der Anmelder in seinem Interesse gleichzeitig mit der Einreichung der Änderungen beim Internationalen Büro auch eine Kopie der Änderungen bei der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde einreichen (siehe Regel 62.2 a), erster Satz).

### Auswirkungen von Änderungen hinsichtlich der Übersetzung der internationalen Anmeldung beim Eintritt in die nationale Phase

Der Anmelder wird darauf hingewiesen, daß bei Eintritt in die nationale Phase möglicherweise anstatt oder zusätzlich zu der Übersetzung der Ansprüche in der eingereichten Fassung eine Übersetzung der nach Artikel 19 geänderten Ansprüche an die bestimmten/ausgewählten Ämter zu übermitteln ist.

Nähere Einzelheiten über die Erfordernisse jedes bestimmten/ausgewählten Amtes sind Band II des PCT-Leitfadens für Anmelder zu entnehmen.

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT  
AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts <b>1628 PCT</b>	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5	
Internationales Aktenzeichen <b>PCT/DE 99/ 01598</b>	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) <b>31/05/1999</b>	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) <b>03/06/1998</b>
Anmelder  <b>MTU MOTOREN- UND TURBINEN-UNION MÜNCHEN GMBH</b>		

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt 3 Blätter.



Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

1. Grundlage des Berichts

- a. Hinsichtlich der **Sprache** ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.



Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.

- b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das



in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.



zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.



bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.



bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.



Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.



Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2.



**Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen** (siehe Feld I).

3.



**Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung** (siehe Feld II).

4. Hinsichtlich der **Bezeichnung der Erfindung**



wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.



wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

5. Hinsichtlich der **Zusammenfassung**



wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.



wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

6. Folgende Abbildung der **Zeichnungen** ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. 1



wie vom Anmelder vorgeschlagen



keine der Abb.



weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.



weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 6 C23C10/30 C23C10/58

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

**B. RECHERCHIERTE GEBIETE**

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 6 C23C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

**C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN**

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	FR 2 244 011 A (ROLLS-ROYCE) 11. April 1975 (1975-04-11) Ansprüche 1,2,9-15; Beispiele 1-5 ---	1-6, 9
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 008, no. 016 (M-270), 24. Januar 1984 (1984-01-24) & JP 58 177401 A (SUMITOMO KINZOKU KOGYO KK), 18. Oktober 1983 (1983-10-18) Zusammenfassung ---	7
A	DE 42 26 272 C (MTU MOTOREN-UND TURBINEN-UNION) 10. Februar 1994 (1994-02-10) ---	
A	DE 20 43 964 A (HOWMET CORP) 29. April 1971 (1971-04-29) ---	
	--- -/--	



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

° Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

28. Oktober 1999

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

05/11/1999

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Elsen, D

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP 0 048 083 A (MITSUBISHI JUKOGYO) 24. März 1982 (1982-03-24) ---	
A	FR 2 397 468 A (FIAT SOCIETA PER AZIONI) 9. Februar 1979 (1979-02-09) ---	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 009, no. 200 (C-298), 16. August 1985 (1985-08-16) & JP 60 067652 A (AJIA KOGYO KK), 18. April 1985 (1985-04-18) Zusammenfassung -----	

# INTERNATIONALER RESEARCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 99/01598

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
FR 2244011 A	11-04-1975	GB 1427054 A DE 2443480 A IT 1022128 B JP 50057037 A US 4009146 A	03-03-1976 07-08-1976 20-03-1978 19-05-1975 22-02-1977
JP 58177401 A	18-10-1983	KEINE	
DE 4226272 C	10-02-1994	FR 2694575 A GB 2269393 A, B	11-02-1994 09-02-1994
DE 2043964 A	29-04-1971	FR 2061075 A GB 1296729 A JP 49040343 B	18-06-1971 15-11-1972 01-11-1974
EP 48083 A	24-03-1982	JP 1032309 B JP 1552967 C JP 57054282 A CA 1173305 A	30-06-1989 04-04-1990 31-03-1982 28-08-1984
FR 2397468 A	09-02-1979	IT 1083665 B BE 868915 A DE 2830851 A GB 1602040 A JP 54019435 A LU 79963 A NL 7806909 A US 4241113 A	25-05-1985 03-11-1978 18-01-1979 04-11-1981 14-02-1979 12-12-1978 16-01-1979 23-12-1980
JP 60067652 A	18-04-1985	JP 1692072 C JP 3055545 B	27-08-1992 23-08-1991

## Verfahren zum Herstellen einer Haftschrift für eine Wärmedämmschicht

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen einer Haftschrift für eine Wärmedämmschicht, die auf ein Bauteil aufgebracht wird.

5

Thermisch oder mechanisch belastete Bauteile werden mit Schutzschichten, z.B. Verschleißschutzschichten oder Wärmedämmschichten versehen. Zwischen einer solchen äußeren Schicht und dem Bauteil wird im allgemeinen eine Haftschrift vorgesehen. Derartige Haftschriften müssen eine bestimmte Rauigkeit und Oberflächentopographie zur Verklammerung mit der äußeren Schicht aufweisen.

10

Im Gasturbinenbau werden die Haftschriften z.B. bei thermisch hochbelasteten, metallischen Bauteilen, wie Turbinenschaufeln, zwischen dem Bauteil und einer Wärmedämmschicht vorgesehen. Derartige Wärmedämmschichten können aus einer Basis aus Zirkonoxid mit Zusätzen von Calcium- oder Magnesiumoxid bestehen. Die Haftschriften müssen neben der Rauigkeit zur Verklammerung mit der äußeren Schutzschicht bzw. der Wärmedämmschicht oxidfrei und heißgaskorrosionsbeständig sein. Da in der Wärmedämmschicht und dem Werkstoff des metallischen Bauteils im allgemeinen unterschiedliche Wärmedehnungen auftreten, müssen diese darüberhinaus von der Haftschrift wenigstens teilweise ausgeglichen werden.

15

20

Als Haftschriften sind Diffusionsschichten, die Al, Cr oder Si enthalten, bekannt, welche mittels sog. Pulverpackverfahren oder Out of Pack-Verfahren hergestellt werden. Die Nachteile der mit diesen Verfahren hergestellten Diffusionsschichten bestehen in ihrer Sprödigkeit und den begrenzten Schichtdicken von bis ca. 100 µm.

25

Eine andere bekannte sog. Auflageschicht auf MCrAlY-Basis wird mittels Plasmaspritzen auf das Bauteil aufgespritzt oder mittels Verdampfen der Schichtbestandteile im Elektronenstrahl auf das Bauteil aufgedampft. Dabei werden Schichtdicken bis zu ca. 300 µm erzielt. Derartige Verfahren sind fertigungstechnisch sehr aufwendig und teuer. Weitere Nachteile bestehen darin, daß die Schichten auf geometrisch komplizierten Bauteilen nicht gleichmäßig aufzubringen sind, Streuungen in

30

der Schichtzusammensetzung auftreten und die Schichtelemente beim Aufspritzen bzw. Aufdampfen oxidieren.

5 Aus der JP 55-82761 A ist es bekannt, heißen Gasen ausgesetzte Bauteile von, z.B. einer Gasturbine, zu schützen, indem zunächst mit einem Binder versehenes Ni-Pulver auf das Bauteil aufgebracht und wärmebehandelt wird, dann Cr durch chemische Gasphasenabscheidung oder Al durch ein Packverfahren eingebracht werden und schließlich Pt, Pd oder Rh abgeschieden und wärmebehandelt werden.

10 Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, ein Verfahren zum Herstellen einer Schicht der eingangs beschriebenen Gattung zu schaffen, die mit dem fertigungstechnisch möglichst einfach und kostengünstig herzustellen ist.

Die Lösung der Aufgabe ist erfindungsgemäß durch die Schritte gekennzeichnet,

- 15 a) Herstellen eines Schlickers durch Mischen wenigstens eines der Elemente Cr, Ni oder Ce enthaltenden Pulvers mit einem Bindemittel,  
b) Auftragen des Schlickers auf das Bauteil,  
c) Trocknen des Schlickers bei Temperaturen von Raumtemperatur bis 300° C, und  
20 d) Alitieren der Schlickerschicht, wobei das Verfahren so gesteuert wird, daß die Haftsicht eine Struktur mit einer Korngröße kleiner als 75 µm und einem Hohlraumanteil von j0 bis 40% aufweist.

25 Der Vorteil des Verfahrens besteht darin, daß das mit einem Bindemittel gemischte Pulver auf einfache Weise auf das Bauteil unter Bildung einer Schicht aufgetragen werden kann, ohne daß vom Anlagenaufwand teure Verfahren wie das Plasmaspritzen oder das Elektronenstrahlaufdampfen erforderlich sind. Die mit diesem Verfahren hergestellten Schichten haben eine vergleichsweise feinkörnige Struktur mit einer Korngröße, die kleiner als 75 µm ist. Die Schicht weist einen Hohlraumanteil  
30 von 0 bis 40 % auf. Als Folge besitzt die Schicht eine verbesserte thermische Ermüdungsbeständigkeit sowie ein vorteilhaftes Ausdehnungsverhalten, das fehlertolerant gegenüber Rissen ist. Zudem sind Zusätze von Elementen, wie z.B. Y, gleich verteilt und nicht oxidiert.

In einer bevorzugten Ausgestaltung des Verfahrens wird der Schlicker mit einem Pulver aus MCrAlY bzw. einer MCrAlY-Legierung hergestellt, wobei M für wenigstens eines der Elemente Ni, Co, Pt oder Pd steht und anstelle von Y auch Hf oder Ce verwendet werden kann.

Bevorzugt liegt das Pulver mit einer Korngrößenverteilung von 5 bis 120  $\mu\text{m}$  vor.

Das Auftragen des Schlickers auf das Bauteil erfolgt bevorzugt durch Spritzen, Pinseln oder Tauchen, wodurch sich das Verfahren fertigungstechnisch einfach und kostengünstig durchführen läßt. Durch diese Art des Auftragens lassen sich auf einfache Weise lokal begrenzte Schichten auch auf geometrisch komplizierten Bauteilen aufbringen. Zudem sind keine teuren und aufwendigen Spritz- und Verdampferanlagen erforderlich. Außerdem tritt anders als beim thermischen Spritzen oder dem Elektronenstrahlaufdampfen das Problem der Oxidation von Pulverpartikeln nicht auf.

Bevorzugt wird das Trocknen des Schlickers, der zusammen mit dem organischen oder anorganischen Bindemittel in einer Suspension vorliegt, über 0,5 - 4 Stunden durchgeführt, wobei sich eine Dauer von 1 - 2 Stunden als vorteilhaft erwiesen hat.

Bevorzugt ist ferner, daß die Schlickerschicht vor dem Alitieren bei Temperaturen von 750 bis 1200 °C in Argon oder Vakuum wärmebehandelt wird, wobei das Wärmebehandeln über 1 - 6 Stunden durchgeführt werden kann, um die Schlickerschicht mit dem Bauteil mittels Diffusion zu verbinden.

In einer bevorzugten Ausgestaltung des Verfahrens wird der abschließende Schritt Alitieren der Schlickerschicht bei Temperaturen zwischen 800 bis 1200 °C und einer Dauer von 1 - 12 Stunden durchgeführt. Das Alitieren dient zum Diffusionsverbinden und Kompaktieren der Schicht und wird in einem üblichen Verfahren, wie z.B. im Pulverpack-Verfahren, unter Einbringung von Al durchgeführt. Das Al diffundiert in die Schicht und in den Grundwerkstoff des Bauteils.

Ferner ist die Schicht bevorzugt eine Haftschrift, auf die eine Wärmedämmschicht als äußere Schicht bzw. Schutzschicht aufgebracht wird, was in üblicher Weise mittels Plasmaspritzen oder Elektronenstrahlaufdampfen erfolgen kann.

- 5 Im folgenden wird die Erfindung anhand einer Zeichnung unter Bezugnahme auf ein Beispiel näher erläutert. Es zeigt:

Fig. 1 ein Schliffbild der Schicht vor dem Alitieren und

10 Fig. 2 ein Schliffbild der Schicht nach dem Alitieren.

Bei der Herstellung einer Schicht wird zunächst zur Herstellung eines Schlickers ein MCrAlY-Pulver in einer Suspension mit einem üblichen anorganischen Bindemittel gemischt. Die Korngrößen der Pulverpartikel liegen zwischen 5 und 120  $\mu\text{m}$ . Dabei  
15 bildet sich eine fließfähige, spritzbare Masse. Die Viskosität dieser Masse läßt sich z.B. durch die Korngröße der verwendeten Pulverpartikel beeinflussen. Das M steht für Nickel oder Kobalt oder eine Legierung der beiden Elemente. Der Anteil von Al und Chrom wird so hoch wie möglich gewählt, um deren Schutzeffekt gegen Oxidation auszunutzen, der darauf beruht, das Chrom und Aluminium bei hohen  
20 Temperaturen als Schutzfilme dienende Oxide bilden.

Anschließend wird der Schlicker unter Bildung einer Schicht mit einem Pinsel auf ein metallisches Bauteil, wie eine Turbinenleitschaufel aus einer Nickelbasis-Legierung, aufgetragen. Die Dicke und lokale Ausbreitung der Schicht läßt sich bei dieser Art  
25 des Auftragens auf einfache Weise beeinflussen. Alternativ könnte das Auftragen z.B. auch mit einer Spritzpistole erfolgen.

Im nächsten Schritt wird der in einer Suspension vorliegende Schlicker bei Raumtemperatur über etwa 1,5 Stunden getrocknet.

30

Die getrocknete Schicht wird dann bei 1000 °C eine Stunde in Argon wärmebehandelt, um eine Verbindung der Schicht mit dem Werkstoff der Turbinenleitschaufel mittels Diffusion zu erzielen. Daran anschließend wird die Schicht bei etwa 1100 °C

4 Stunden lang mit einem üblichen Verfahren alitiert, um die Verbindung mit dem metallischen Bauteil mittels Diffusion zu verstärken und die Schicht zu kompaktieren. Dabei tritt Al in die Schicht und den Grundwerkstoff des metallischen Bauteils ein und sorgt so sowohl für eine feste Verbindung der Schicht mit dem Bauteil als  
5 auch für eine Verbindung der kugligen MCrAlY-Partikel untereinander. Zudem sintern die MCrAlY-Partikel untereinander wenigstens teilweise zusammen.

Fig. 1 zeigt eine auf ein metallisches Bauteil 1 aufgebrachte Schicht 2, die wärmebehandelt aber noch nicht alitiert worden ist. In der Schicht 2 ist die kuglige Struktur der MCrAlY-Partikel ebenso wie die dazwischen befindlichen Hohlräume deutlich zu  
10 erkennen.

In Fig. 2 ist das Bauteil 1 und die Schicht 2 nach dem Alitierungsschritt dargestellt. In der Schicht 2 liegen deutlich weniger Hohlräume vor. Zudem sind die kugligen  
15 MCrAlY-Partikel durch das Eindringen von Al in die Schicht und in den Grundwerkstoff des Bauteils 1 miteinander verbunden. Außerdem ist bei dem Alitierungsschritt ein Zusammensintern der MCrAlY-Partikel erfolgt.

Die so hergestellte Schicht weist eine deutlich verbesserte thermische Ermüdungsbeständigkeit im Vergleich zu auf herkömmliche Weise hergestellten (Haft-) Schichten auf. Zudem erfolgt keine Oxidbildung der Schicht. Darüberhinaus sind die Aktivelemente, wie Y, gleichmäßig verteilt und nicht oxidiert.  
20

Die so hergestellte Schicht kann als Haftschrift eingesetzt werden, auf die abschließend eine Wärmedämmschicht durch Plasmaspritzen oder ein anderes übliches Verfahren aufgebracht wird. Die Schicht läßt sich zudem ohne weiteres als hochwertige Heißgaskorrosionsschicht einsetzen, ohne daß eine zusätzliche, äußere Schutzschicht aufzubringen ist. Die eigenschaften der korrosions- und oxidationsbeständigen Schicht lassen sich durch Verlängern des Alitierungsvorgangs variieren bzw.  
25  
30 verbessern.

## Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen einer Haftschrift für eine Wärmedämmschicht, die auf ein Bauteil aufgebracht wird, gekennzeichnet durch die Schritte
  - 5 a) Herstellen eines Schlickers durch Mischen wenigstens eines der Elemente Cr, Ni oder Ce enthaltenden Pulvers mit einem Bindemittel,
  - b) Auftragen des Schlickers auf das Bauteil,
  - c) Trocknen des Schlickers bei Temperaturen von Raumtemperatur bis 300 °C, und
  - 10 d) Alitieren der Schlickerschicht, wobei das Verfahren so gesteuert wird, daß die Haftschrift eine Struktur mit einer Korngröße kleiner als 75 µm und einem Hohlraumanteil von 0 bis 40% aufweist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Schlicker mit einem Pulver aus MCrAlY hergestellt wird.  
15
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Pulver mit einer Korngrößenverteilung von 5 bis 120 µm vorliegt.
- 20 4. Verfahren nach einem oder mehreren der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Auftragen durch Spritzen, Pinseln oder Tauchen erfolgt.
5. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Bauteil aus einer Legierung auf Nickel- oder Kobaltbasis  
25 besteht.
6. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Trocknen über 0,5 - 4 Stunden durchgeführt wird.
- 30 7. Verfahren nach einem oder mehreren der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Schlickerschicht vor dem Alitieren bei Temperaturen von 750 bis 1200 °C in Argon oder Vakuum wärmebehandelt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Wärmebehandeln über 1 - 6 Stunden durchgeführt wird.
- 5 9. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Alitieren bei Temperaturen zwischen 800 bis 1200 °C und einer Dauer von 1 bis 12 Stunden durchgeführt wird.

## Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer korrosions- und oxidationsbeständigen Schicht, die auf ein Bauteil aufgebracht wird, wobei das Verfahren fertigungstechnisch einfach und kostengünstig durchzuführen ist und die Schritte auf-

5 weist:

- a) Herstellen eines Schlickers durch Mischen wenigstens eines der Elemente Cr, Ni oder Ce enthaltenden Pulvers mit einem Bindemittel,
- b) Auftragen des Schlickers auf das Bauteil,
- 10 c) Trocknen des Schlickers bei Temperaturen von Raumtemperatur bis 300° C, und
- d) Alitieren der Schlickerschicht.

Fig. 1

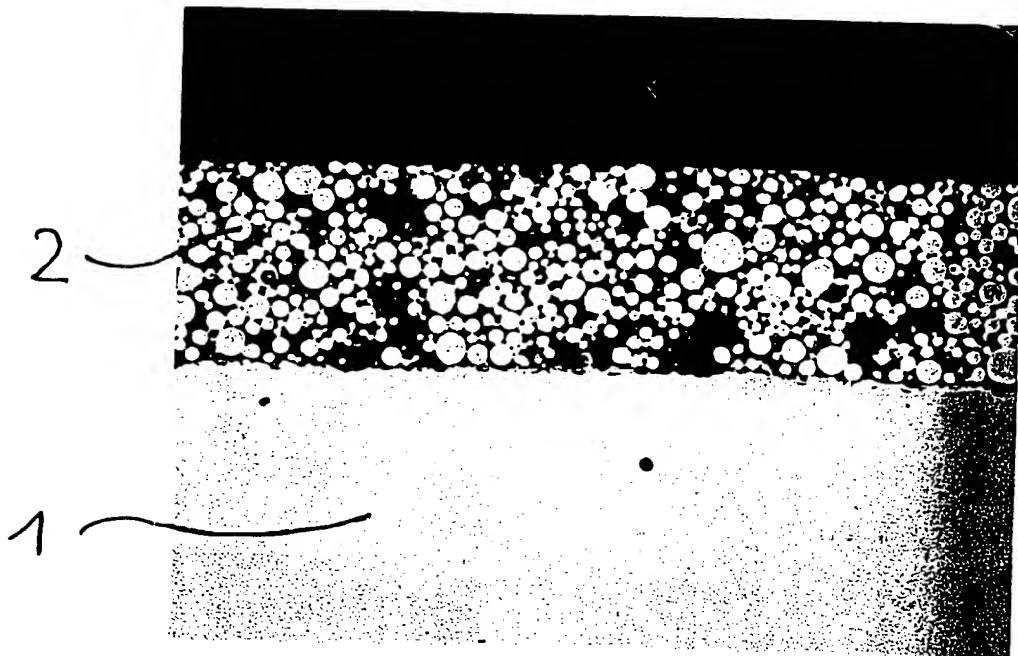
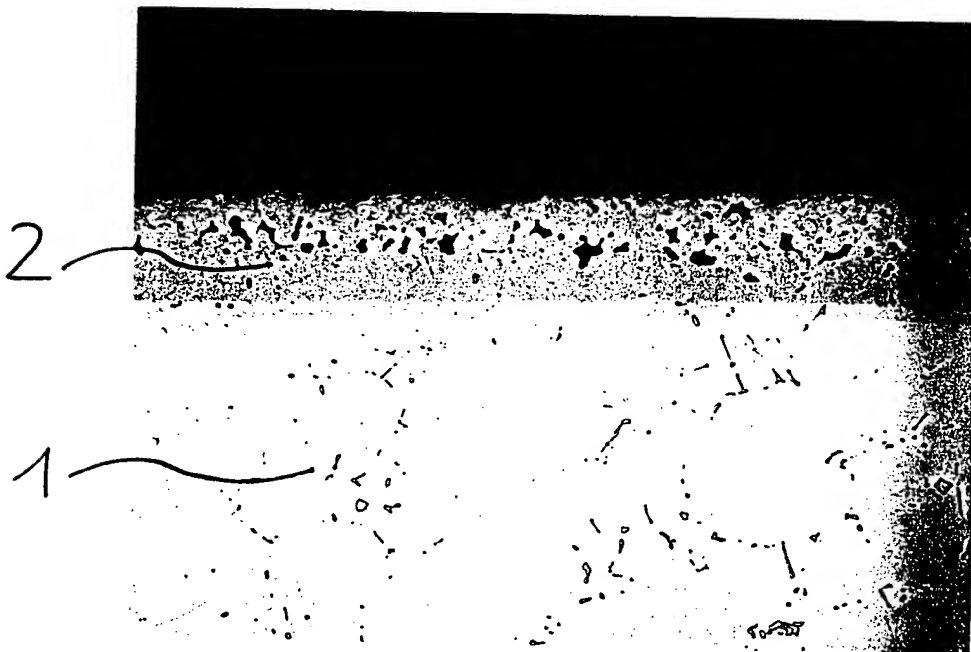


Fig. 2



# PATENT SPECIFICATION

(11) 1296729

## NO DRAWINGS

- (21) Application No. 42477/70 (22) Filed 4 Sept. 1970  
 (31) Convention Application No. 856193 (32) Filed 8 Sept. 1969 in  
 (33) United States of America (US)  
 (45) Complete Specification published 15 Nov. 1972  
 (51) International Classification C23C 9/02  
 (52) Index at acceptance

C7F 1A 1B2 2A 2F 2M 4A 4E 4F



## (54) TWO STAGE CEMENTATION PROCESS FOR ALUMINIZING METAL

(71) We, HOWMET CORPORATION, of 475 Steamboat Road, Greenwich, Connecticut, United States of America, a corporation organised and existing under the laws of the State of Delaware, United States of America, do hereby declare this invention for which we pray that a patent may be granted to us, and the method by which it is to be performed to be particularly described in and by the following statement:—

This invention relates to the art of aluminizing metal surfaces by diffusion to provide a surface on the metal which is rendered more resistant to corrosion or oxidation at high temperatures and/or in corrosive atmospheres, such as exist in a combustion engine, turbine and the like. By diffusion of aluminum into the surface of such metals as high nickel or cobalt alloys and high alloy steels, heat shock erosion, corrosion resistance and other physical and mechanical properties are markedly improved.

To the present, in the aluminizing treatment by diffusion coating, the metal part is heated to a temperature above 1000°C in a pack formed on a powdered mixture of metallic aluminum and aluminum oxides, without and preferably with a small amount of halide salt such as ammonium chloride or ammonium fluoride, for about four to ten hours in a non-oxidizing atmosphere.

The aluminum diffuses into the surfaces, usually to a depth within the range of about 10—20 microns, depending somewhat upon the time and temperature of the aluminizing treatment and the amount of aluminum in the pack, with the amount of aluminum in the diffusion layer decreasing from the outer surface inwardly toward the center in amounts somewhat proportionate to the distance from the surface.

It is an object of this invention to provide an improved aluminized article and method for preparation of same wherein the diffusion coating of aluminum remains concentrated in a narrow layer on the surface of the article without excessive diffusion into the interior of

the article; whereby a better bond is achieved between the diffusion coating and metal substrate; and whereby a complex series of compounds are formed in the diffusion layer to provide an improved coating which offers higher temperature corrosion resistance.

In accordance with the practice of this invention, the super-alloy, and preferably the nickel or cobalt-based alloy, parts are first packed for diffusion coating with tungsten or preferably chromium to form a diffusion coating of tungsten or chromium in the surface portion of the metal part in what will hereinafter be referred to as a first stage of the diffusion coating process. Thereafter, the part with the barrier coating formed by the diffusion of tungsten or chromium is repacked in the conventional manner and composition for aluminizing the surface by diffusion transfer of the aluminum metal which, by reason of the barrier coat, is confined to the surface portion of the metal part to provide an improved aluminized surface having greatly increased corrosion resistance at high temperature, even in highly corrosive gases.

In the described two-stage coating by the pack cementation process, the thickness of coating from the first stage is within the range of 0.0001 to 0.0005 inch and it is desirable to provide for a coating thickness following the second stage within the range of 0.001 to 0.005 and preferably with the range of 0.0015 to 0.003 inch.

For this purpose, use is made of a pack for the first stage containing 1—30%, by weight of chromium or tungsten metal in powdered form with the remainder in the form of a finely divided filler, preferably alumina, and a halide energizer present in an amount within the range of 0.01% to 5%, by weight of the packing, in which the energizer is a halide, preferably ammonium chloride or ammonium fluoride. Diffusion coating is carried out in an inert or reducing atmosphere, such as an atmosphere of hydrogen or argon at a temperature within the range of 1700° to 2000°F for a time which will vary inversely with the

temperature, sufficient to build up a coating thickness of chromium or tungsten, as the case may be, within the range of 0.0001 to 0.0005 inch.

- 5 The aluminizing pack employed during the second stage of the pack cementation process can be formulated to contain an aluminum powder in an amount within the range of 0.1% to 10% by weight with the remainder
- 10 formed of a filler in finely divided form, preferably alumina. Although it is not essential, use can be made of an energizer, such as ammonium chloride or ammonium fluoride, in an amount within the range of 0.01% to
- 15 5% by weight of the pack. A hydrogen or inert atmosphere is maintained during diffusion coating while the materials are heated to a temperature within the range of 1800° to 2000°F. for a time sufficient to build up a
- 20 final coating thickness within the range of 0.001 to 0.005 and preferably within the range of 0.0015 to 0.003 inch. The desired coating thickness is obtained with a pack of the type described in about nine to ten hours of heat-
- 25 ing.

The following examples are given by way of illustration, but not by way of limitation, of the practice of this invention:

Alloy Compositions:

Example 1	
	Percent by weight
	70.0
Ni	12.0
Cr	5.0
35 W	5.0
Al	3.5
Mo	2.5
Ti, Nb, Ta	Balance
Fe, C, Mn, Si	
Example 2	
	Percent by weight
	60.0
Co	20.0
Cr	10.0
45 W	2.0
Nb	1.0
Ni	Balance
Fe, C, Mn, Si	
Example 3	
	Percent by weight
	0.08
C	0.75
Mn	0.75
Si	19.0
55 Cr	19.5
Co	4.0
Mo	2.9
Ti	2.9
Al	4.0
60 Fe	Balance
Ni	

#### Example 4

	Percent by weight	
C	0.12	65
Mn	0.15	
Si	0.4	
Cr	13.0	
Mo	4.5	
Ti	0.6	70
Al	6.0	
Fe	1.0	
Cb	2.25	
Ni	Balance	

First stage of cementation process: 75

#### Example 5

Chromium pack	
10 pounds—Powdered Chromium	
100 pounds—Powdered alumina	
0.2 pound —ammonium chloride	80

#### Example 6

Tungsten Pack	
8 pounds—powdered tungsten metal	
100 pounds—powdered alumina	
2 pounds—ammonium fluoride	85

Second stage of cementation process:

#### Example 7

Aluminizing pack:	
5 pounds—powdered aluminum metal	
100 pounds—powdered alumina	90

#### Example 8

7 pounds—powdered aluminum metal	
100 pounds—powdered alumina	
0.2 pound —ammonium chloride	

In the first stage, the parts formed of alloys of Examples 1 to 4 are packed with the pack composition of Examples 5 or 6 in a retort and heated for five hours at 1900°F. in a hydrogen atmosphere. With the pack of Example 5, a chromium diffusion thickness of about 0.0003 inch is formed in the surface of the metal parts.

The parts, removed from the first pack, are then repacked with the pack composition of Examples 7 or 8 in a similar retort. The parts formed on the cobalt alloy of Example 2 are heated in a hydrogen atmosphere for ten hours at 1950°F. while the parts formed of the nickel-based alloys of Examples 1, 3 and 4 are heated in a hydrogen atmosphere for nine hours at 1950°F. to form parts having a final coating thickness within the range of 0.0015 to 0.003 inch.

Instead of making use of the nickel or cobalt based alloys of Example 1 to 4 in the two-pack cementation process of Examples 5 to 8, use can be made of parts formed of nickel or cobalt based super-alloys in which corrosion resistance at high temperature and

resistance to deterioration by the sulfides present in corrosive gases is greatly improved.

- The term "powdered" or "finely divided form", as applied to the metals in the pack compositions, is meant to refer to such tungsten, chromium or alumina metal particles of preferably less than 5 microns and is meant to refer to particles of less than 100 microns and preferably within the range of 5—100 microns for the filler or alumina component of each pack.

- It will be understood that changes may be made in the details of formulation and operation without departing from the scope of the invention, especially as defined in the following claims.

#### WHAT WE CLAIM IS:—

1. In the method of aluminizing metal parts formed of nickel or cobalt or high nickel or cobalt alloys, the steps of subjecting the metal parts to first and second stage diffusion coatings which includes the steps in the first stage of packing the parts in a finely divided mixture of a metal selected from the group consisting of chromium and tungsten, a finely divided filler and energizer, with chromium or tungsten present in the pack composition in an amount within the range of 1—30% by weight, heating the assembly in a non-oxidizing atmosphere to a temperature above about 1700°F for a time sufficient to produce a first stage diffusion coating having a thickness within the range of 0.0001 to 0.0005 inch, and which includes the steps in the second stage of repacking the metal parts from the first stage of diffusion coating in a finely divided mixture of aluminum metal and filler, with the aluminum metal present in the pack composition in an amount within the range of 1—10% by weight, heating the assembly in a non-oxidizing atmosphere to a temperature above about 1800°F for a time sufficient to provide a diffusion coating having a thickness greater than 0.001 inch.
2. The method according to the preceding claims in which the filler in the pack composition for the first stage of diffusion is alumina.
3. The method according to either of the preceding claims in which the energizer in the pack composition for the first stage of diffusion is a halide.

4. The method according to any of the preceding claims in which the halide is selected from the group consisting of ammonium fluoride and ammonium chloride.

5. The method according to Claim 3 in which the halide is present in an amount within the range of 0.01% to 5% by weight of the pack composition.

6. The method according to any of the preceding claims in which the assembly is heated for the first stage of diffusion to a temperature within the range of 1700° to 2000°F.

7. The method according to any of the preceding claims in which the heating step for diffusion coating is continued until a diffusion coating having a thickness within the range of 0.0001 to 0.0005 inch is obtained.

8. The method according to any of the preceding claims in which the filler in the pack composition for the second stage of diffusion is alumina.

9. The method according to any of the preceding claims in which the pack composition for the second stage contains an energizer in the form of a chloride or fluoride present in an amount within the range of 0.01% to 5% by weight of the pack composition.

10. The method according to any of the preceding claims in which the temperature during the second stage of diffusion coating is maintained within the range of 1800° to 2000°F.

11. The method according to any of the preceding claims in which the second stage of diffusion is continued until a diffusion coating is obtained having a thickness within the range of 0.001 to 0.005 inch.

12. The method according to any of the preceding claims in which the second stage of diffusion is continued until a diffusion coating is obtained having a thickness within the range of 0.0015 to 0.003 inch.

For the Applicants,  
 RAWORTH, MOSS & COOK,  
 Chartered Patent Agents,  
 36 Sydenham Road,  
 Croydon, Surrey.  
 and  
 75 Victoria Street,  
 Westminster,  
 London, S.W.1.